

# 身近な金属の顕微鏡組織標本の作製

第1技術室 機械システム技術班 河野 信夫

## 1. はじめに

金属材料の顕微鏡組織はその機械的・物理的性質と密接に関連しており、これを観察することは材料及び材料強度の研究において重要である。この組織観察は比較的地味な研究分野であり、ある程度の経験を要する作業でもある。

工学部機械工学科の学生実験では、いくつかの炭素鋼及び鋳鉄の素材について研磨・琢磨及び腐食後それらの組織を観察しているが、限られた時間内で多くの試料を調整することは困難である。また、機械材料の標本もいくつか市販されてはいるが、それらは素材に限定されたものである。

そこで、日常よく使用されている一般的な金属製品の顕微鏡組織標本を作製することとした。これが学生実験等の参考資料として活用され、金属材料に対する関心が深まれば幸いである。

## 2. 金属材料の分類

機械材料としての金属材料は種々に分類されるが、ここでは標本とした金属製品を表1のように分類した。表中の英字はJISの材料記号であり、xxxはその種類を表す数字である。なお、ここでは成分の分析は行っておらず材料及び種類の確定はできないので、明確なものを除いて一般的に予想されるものを表示しておいた。また、青銅及び白銅についてはそれらの組成を示した。

## 3. 組織観察の手順

### (1) 試料の切断

標本として適当な大きさに切断する必要がある。大きさは通常 10～15mm 立方程度あればよいが、小さな試料では後述の埋め込の工程を要する。

切断の際には熱及びひずみの影響を受けない工夫が大切であり、試料によってはその方向性も考慮しなくてはならない。ここでは、顕微鏡試料切断用の精密切断機（丸本製）を用いて切断した。

### (2) 埋め込

小さい試料や表面層の観察においては、研磨及び琢磨工程のために埋め込が必要である。これにはいくつかの方法があるが、ここでは全ての試料を専用のプレス機（リファインテック製）を用いてプラスチックス粉末を加熱・加圧及び冷却することにより埋め込を行った。その際、小さな試料にはステンレス製のサンプルクリップを用いた。なお、この成型された試料は後の自動琢磨工程で使用するホルダーに適合した形状・寸法となっている。

### (3) 研磨

炭化珪素の微粉末を台紙に固着した研磨紙（エメリー紙）によって試料を研磨する。エメリー紙は粒度 #1M～#1500 まで9種類の角型のものを用いた。

研磨は手作業で粒度の粗い研磨紙から順に、直前に行ったものによる研磨痕とは角度を変え、そ

れが消えるまで行った。今回は全て乾式で研磨したが、試料によっては湿式による場合もある。

#### (4) 琢磨

材料に適合した琢磨布(パフ)と琢磨剤によって試料を鏡面に仕上げる。ここでは自動琢磨機(ビューラー製)を用いてアルミナ(3, 1, 0.3  $\mu\text{m}$ )水溶液またはダイヤモンド(1  $\mu\text{m}$ )懸濁液で粗琢磨及び仕上げ琢磨をそれぞれ数分間行った。なお、銅及びその合金は酸化物琢磨剤( $\text{SiO}_2$ , 0.04  $\mu\text{m}$ )を使用して化学的な砥粒作用により仕上げた。

また、軟質金属のアルミニウム及びその合金は機械式琢磨では鏡面を得ることはできないため、電解研磨装置(ビューラー製)により表面を仕上げた。これは適当な電解液中で試料を陽極に、陰極にステンレス鋼を用いて直流により試料表面を電気・化学的作用で鏡面にするものである。使用した電解液は磷酸1:硝酸2:水3であり、2~3V, 0.1~0.5Aで30~60秒間行った。

#### (5) 腐食

顕微鏡組織を現出するためには薬品により試料表面を腐食(エッチング)しなければならない。

表1 金属材料の分類

##### 鉄鋼材料

###### 炭素鋼

冷間圧延鋼板(SPCx): スチール缶, ステープル

一般構造用圧延鋼材(SSxxx): 六角ボルト

機械構造用炭素鋼(SxxC): 六角穴付ボルト

炭素工具鋼(SKx): ヤスリ

###### 合金鋼(特殊鋼)

合金工具鋼(SKSx): カッター, ミシン針

ステンレス鋼(SUSxxx): スプーン, フォーク, 剃刀

ばね鋼(SUPx): コイルばね

軸受鋼(SUJx): ベアリング

###### 鋳鉄

ねずみ鋳鉄(FCxxx): 機械部品, 五徳

共晶黒鉛鋳鉄(FC250): テンスパー(丸棒素材)

##### 非鉄材料

###### 銅及びその合金

タフピッチ銅(TCuWxx): 電線

黄銅(真鍮)(BsBMxxx, BsPxxx): 六角ナット, 五円硬貨

青銅(砲金): 十円硬貨(Cu50/Zn40/Sn10)

白銅(洋白・洋銀): 五十円硬貨(Cu75/Ni25)

###### アルミニウム及びその合金

アルミニウム: 一円硬貨(A1100)

合金: 平板素材(A2017=ジュラルミン)

アルミ缶(A3004, A5083), スイッチ(ADCx)

これによって結晶における腐食程度の差により表面に凹凸ができ、ミクロな金属組織として観察が可能となる。ただし、鋳鉄の黒鉛組織は腐食せずに観察することができる。ここで使用した腐食液を表2に示した。腐食時間は試料によって数秒から数十秒間である。

なお、琢磨と同様に電解腐食の方法が用いられる場合もあり、これは電解研磨の1/10程度の電圧と電流密度で腐食のみを行うものである。

また、数十倍程度の倍率で結晶組織の流れや傷等を観察するためにマクロ腐食を行う場合があるが、これには顕微鏡組織用の腐食液とは異なったものが一般に用いられる。

腐食面は錆を生じやすいので、エッチング後の試料は表面保護剤を用いて酸化を防いだ。

#### (6) 検鏡

金属顕微鏡により組織観察を行う。これは試料を透過した光を用いる通常の生物顕微鏡とは異なり、試料表面からの反射光により組織の観察をするものである。走査型電子顕微鏡 (SEM) はよく利用されるが、金属組織のように比較的フラットな面で数百倍程度の倍率での観察においては金属顕微鏡が手軽で有用である。ここで使用した金属顕微鏡は倒立型のニコン EPIPHOT である。

組織の記録には35mm及びデジタルカメラを用い、倍率を数種類 (×200～×1000) 変えて撮影した。なお、本機にはポラロイドカメラも装備されているが、今回は使用しなかった。

### 4. 金属製品の顕微鏡組織

組織の特徴的なものいくつかを、デジタルカメラによる写真1及び写真2に示した。

#### (1) 六角ボルト

0.1%C以下の低炭素鋼であり、白色のフェライトとわずかなパーライト組織がみられる。写真右側はねじ底部であり、結晶粒が大きく変形している。このことから、これは切削ではなく塑性加工 (転造) によって成形されたものであることがわかる。パーライトはフェライト ( $\alpha$ 鉄) 地にセメントライト (鉄炭化物,  $\text{Fe}_3\text{C}$ ) が析出した組織で、黒く点在している部分である。

#### (2) ヤスリ

焼入れによって生成した細かな針状及び麻の葉状のマルテンサイトと呼ばれる組織になっている。1%C以上の炭素工具鋼であると思われ、非常に硬く強さも大きい、脆さがあり衝撃には弱い。

#### (3) カッター

合金工具鋼の焼入れ焼戻し組織である。焼戻しによってマルテンサイト中に白い微細な球状炭化物が一様に析出しており、マルテンサイトは(2)より細かくなっている。

#### (4) スプーン

オーステナイト組織のSUS304ステンレス鋼である。結晶粒内には双晶変形による平行線が見ら

表2 顕微鏡組織用腐食液

名 称	組 成	摘 要
ナイトル液	硝酸 2cc, エチルアルコール 98cc	炭素鋼, 合金鋼, 鋳鉄
王水	硝酸 40cc, 塩酸 60cc	ステンレス鋼
グランド液	塩化第2鉄 6g, 塩酸 19cc, 水 75cc	銅及びその合金
ケラー液	弗酸 8cc, 硝酸 30cc, 塩酸 30cc, 水 32cc	アルミニウム及びその合金
弗酸水溶液	弗酸 5cc, 水 95cc	アルミニウム合金



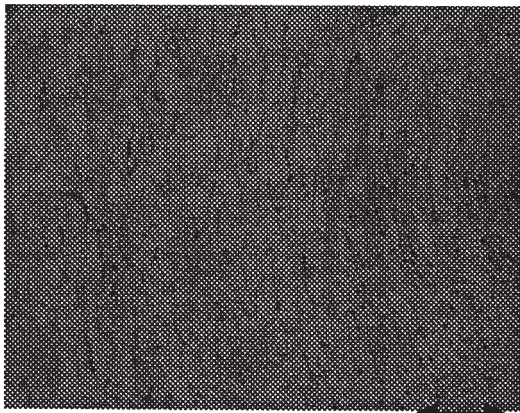
れ、これは面心立方晶の金属組織に現れる特徴的なものである。オーステナイトは $\gamma$ 鉄が炭素を固溶したものであり、鋼を $A_1$ 変態点（723℃）以上に加熱した際に得られる。

(5) 機械部品

引張り強さが350MPa程度のねずみ鋳鉄であり、黒鉛が片状に分布している。地はパーライト組織となっており、破面は灰色を呈する。白い部分はステダイトで、燐を多く含む鋳鉄に現れる。

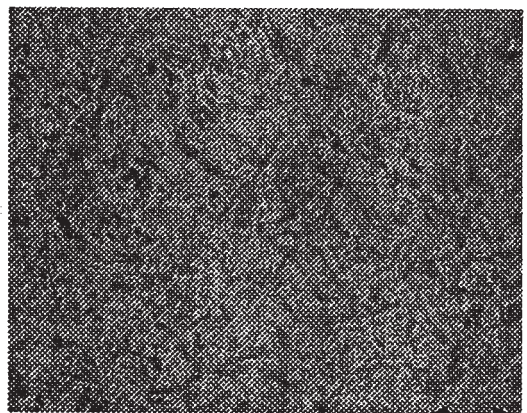
(6) 五徳（表面層）

鋳鉄は同一成分でも鋳造の際の冷却速度によって組織が変化する。これはそれが速い部分のもので、微細な共晶黒鉛と大きな片状黒鉛がみられる。白い部分はフェライト、灰色部はパーライトである。共晶とは一定温度で同時に二つ以上の異なる金属が晶出することで、細かな組織となる。



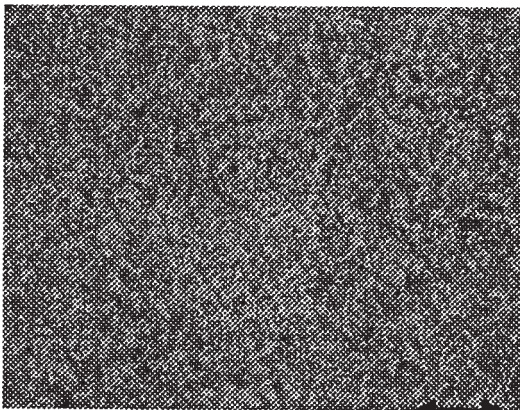
(1) 六角ボルト

50  $\mu$  m



(2) ヤスリ

25  $\mu$  m



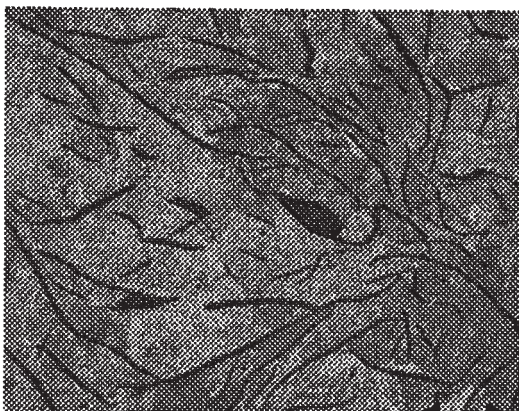
(3) カッター

25  $\mu$  m



(4) スプーン

50  $\mu$  m



(5) 機械部品

125  $\mu$  m



(6) 五徳(表面層)

25  $\mu$  m

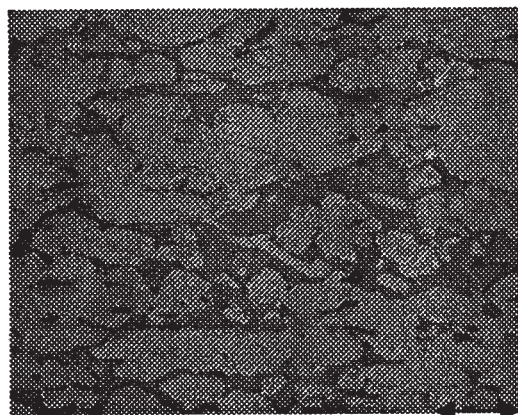
写真1 金属製品の顕微鏡組織 (1)





(7) 五徳(内部)

25  $\mu$  m



(8) 六角ナット

50  $\mu$  m



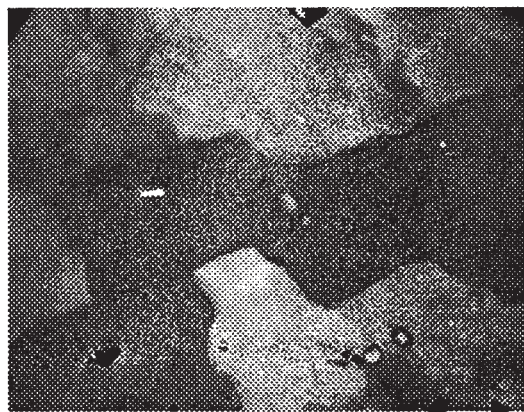
(9) 五円硬貨

50  $\mu$  m



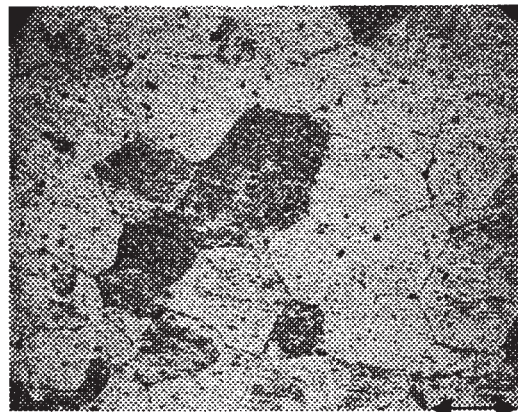
(10) 十円硬貨

25  $\mu$  m



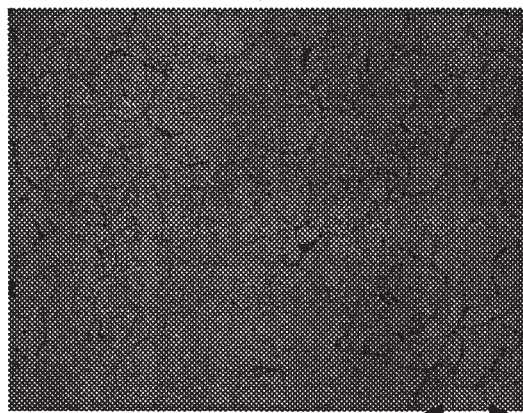
(11) 平板素材

25  $\mu$  m



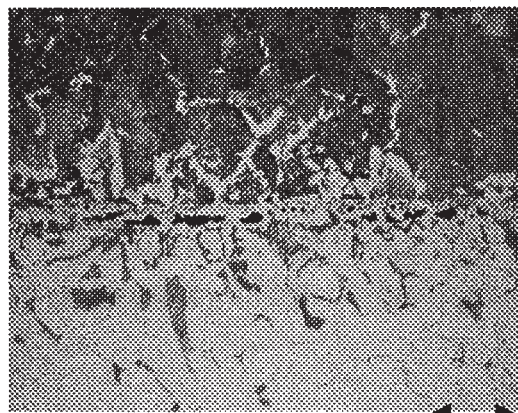
(12) スイッチ

25  $\mu$  m



(13) 純鉄

50  $\mu$  m



(14) 刃物用地金

50  $\mu$  m

写真2 金属製品の顕微鏡組織 (2)



#### (7) 五徳（内部）

冷却速度の遅い部分であり、黒鉛は薔薇状（中央部）と片状になっている。薔薇状黒鉛の芯部はフェライトと黒鉛の共晶であり、地はパーライト組織である。

#### (8) 六角ナット

Cu60%前後の圧延された黄銅である。白い部分は面心立方晶の $\alpha$ 相、黒い部分は体心立方晶の $\beta$ 相であり、前者には双晶による平行線がみられる。

#### (9) 五円硬貨

Cu60/Zn40 黄銅の焼鈍し組織である。(8)と同様に $\alpha$ 相と $\beta$ 相から成っており、焼鈍しによる双晶が多くみられる。 $\alpha$ 相はCuにZnが固溶したもの、 $\beta$ 相はCuZnである。

#### (10) 十円硬貨

青銅の焼鈍し組織である。(9)より結晶粒は微細で、双晶もみられる。

#### (11) 平板素材

ジュラルミンと呼ばれるアルミニウム合金の代表的なものである。電解研磨による腐食痕がいくつかみられる。

#### (12) スイッチ

オーディオ機器の部品であり、ダイカスト（圧力 casting）で作られたものである。結晶粒内の細かい黒点は電解研磨によるものと思われる。

#### (13) 純鉄

表1には含まれていないが、純度99.9%の工業用純鉄を示しておく。

フェライトがほとんどで、黒くみえるパーライトがわずかに存在している。これに炭素が加わるとそれにつれてパーライト組織が増え、0.8%Cでフェライトがなくなりパーライトのみとなる。したがって、組織中に占めるパーライトの割合をみれば、その炭素量を推定することができる。フェライト組織にいくぶん濃淡があるが、これは表面に現れている結晶の方位が異なるためである。

#### (14) 刃物用地金

タケフナイフビレッジ(武生市)で卒業研究の一環として製作したものを参考として示した。写真の上側は刃部のための炭素工具鋼でパーライト組織であり、下側は本体用の低炭素鋼でフェライトがほとんどである。これらを“火造り”によって接合したもので、中央にみえる黒い点は“沸かし付け”に用いたフラックスである。炭素の拡散によってパーライトが低炭素鋼側にも現れている。

### 5. まとめ

身近にある金属製品で顕微鏡組織標本を作製した。紙面の都合で全ての製品の組織を示すことはできなかったが、全体として良好な顕微鏡組織を現出することができた。それらは比較的多くの種類の材料からできており、一般的な金属材料の標本として利用できるものと思われる。

今後の課題としては、標本のX線分析等による材料組成の解明、硬さ・ヤング率等の機械的性質の測定がある。また、熱処理による金属組織の変化を系統的に示すことも重要な点である。

### 参考文献

- (1) 機械材料, 門間改三, 実教出版(1993)
- (2) 鉄鋼の顕微鏡写真と解説, 佐藤知雄, 丸善(昭和46)